



10/5198
PCT/CH 03 / 00 262

SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
CONFÉDÉRATION SUISSE
CONFEDERAZIONE SVIZZERA

REC'D 29 APR 2003

WIFO

PCT

BEST AVAILABLE COPY

Bescheinigung

Die beiliegenden Akten stimmen mit den ursprünglichen technischen Unterlagen des auf der nächsten Seite bezeichneten Patentgesuches für die Schweiz und Liechtenstein überein. Die Schweiz und das Fürstentum Liechtenstein bilden ein einheitliches Schutzgebiet. Der Schutz kann deshalb nur für beide Länder gemeinsam beantragt werden.

Attestation

Les documents ci-joints sont conformes aux pièces techniques originales de la demande de brevet pour la Suisse et le Liechtenstein spécifiée à la page suivante. La Suisse et la Principauté de Liechtenstein constituent un territoire unitaire de protection. La protection ne peut donc être revendiquée que pour l'ensemble des deux Etats.

Attestazione

I documenti allegati sono conformi agli atti tecnici originali della domanda di brevetto per la Svizzera e il Liechtenstein specificata nella pagina seguente. La Svizzera e il Principato di Liechtenstein formano un unico territorio di protezione. La protezione può dunque essere rivendicata solamente per l'insieme dei due Stati.

Bern, 2. 2. April 2003

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

Eidgenössisches Institut für Geistiges Eigentum
Institut Fédéral de la Propriété Intellectuelle
Istituto Federale della Proprietà Intellettuale

Patentverfahren
Administration des brevets
Amministrazione dei brevetti

H. Jenni
Heinz Jenni



Patentgesuch Nr. 2002 0702/02

HINTERLEGUNGSBESCHEINIGUNG (Art. 46 Abs. 5 PatV)

Das Eidgenössische Institut für Geistiges Eigentum bescheinigt den Eingang des unten näher bezeichneten schweizerischen Patentgesuches.

Titel:
Strukturiertes Schichtsystem.

Patentbewerber:
Unaxis Balzers Aktiengesellschaft

9496 Balzers
LI-Liechtenstein

Anmeldedatum: 25.04.2002

Voraussichtliche Klassen: B23K, F02F, F16N

Strukturiertes Schichtsystem

Die Erfindung betrifft ein mit einem Schichtsystem beschichtetes Werkstück gemäss dem Oberbegriff der Patentansprüche 1 und 4, sowie ein Verfahren zur Herstellung eines solchen Werkstücks gemäss dem Oberbegriff der Patentansprüche 18 und 20. Bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung sind in den entsprechenden abhängigen Ansprüchen 2 bis 3, 5 bis 17, sowie 19 und 21 bis 27 beansprucht.

Das Aufbringen unterschiedlicher Strukturen auf gleitbeanspruchten Bauteilen und Komponenten, die im Bereich des Maschinenbaus, wie sie zum Beispiel in der Motoren und Pumpentechnik oder als dynamische Dichtelemente bei der Förderung von Fluiden eingesetzt werden, ist bereits seit längerem bekannt. Damit soll eine möglichst gleichmässige Verteilung eines Schmiermittels oder Fluids erreicht werden, um Mangelschmierung und die damit verbundene Gefahr einer Beschädigung oder gar eines Festfressens gegeneinander bewegter Bauteile zu vermeiden.

Beispielsweise offenbart US 4,573,690 einen gegen einen Dichtungsring bewegten Körper mit definierten Vertiefungen auf der Oberfläche sowie ein mechanisches Verfahren zum Herstellen der Vertiefungen. Letztere bewirken im Einsatz Druckschwankungen eines zwischen Dichtungsring und Körper eingebrachten Schmiermittels, wodurch ein Abreissen des Schmierfilms und damit ein direkter Kontakt fester Oberflächen vermieden werden soll.

Ebenso sind andere Verfahren zur Herstellung strukturierter Oberflächen bekannt. In US 5,473,138 wird ein Verfahren zur Vergrösserung metallischer und keramischer Oberflächen mittels Laserbestrahlung beschrieben. WO 98/14710 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung eines Gleitlagers, wobei eine optimierte Porenverteilung beispielsweise

mittels Pulslaser auf einer Gleitfläche eines Lagers erzeugt wird.

- Als nachteilig wirkt sich bei obengenannten Bauteilen aus, dass bei eventuell auftretenden Zuständen der
- 5 Mangelschmierung immer noch ein Kontakt zweier in Bezug auf ihre Oberflächeneigenschaften ähnlicher oder sogar identischer Materialien möglich ist. Ein Kaltverschweissen, bzw. Fressen einer beispielsweise metallischen
- 10 Materialpaarung (z.B. Dichtungsring / Gegenkörper) kann unter solchen Bedingungen nicht immer sicher vermieden werden. Dies gilt besonders auch für komplexe Maschinen mit tribologisch beanspruchten Teilen, an denen auf Grund hoher
- 15 Relativgeschwindigkeiten und/oder Flächenpressungen Zustände der Mangelschmierung und entsprechend erhöhter Verschleiss auftreten können. Beispiele aus dem Motorenbau sind dafür Ventiltriebe in modernen, auf hohe Leistungen
- 20 ausgelegten Verbrennungsmotoren, bei denen vor allem Tassenstößel und Kolbenringe teils extrem hoher Belastung ausgesetzt sind.
- Auch Werkzeuge mit einer texturierten Oberflächenstruktur sind aus U. Popp et al. "Excimer Laser Texturing of Tool
- 25 Surfaces and its Influence on Friction in Cold Forging" Proc. of the 2nd Int. Conf. "The Coatings in Manufacturing Engineering 2001", bekannt. Dabei wurde auf der Funktionsfläche von Fliesspresswerkzeugen, nach dem
- Aufbringen einer ca. 2 µm dicken TiN Schicht, mittels Excimerlaser ca. 1 µm tiefe Strukturen hergestellt. Bei anschliessend durchgeführten Tests wurde dabei eine
- 30 Verbesserung der Verschleisseigenschaften festgestellt.
- Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es die Leistungsfähigkeit und Zuverlässigkeit von PVD- und/oder CVD-beschichteten Werkstücken, insbesondere von Bauteilen bzw. Werkzeugen die einer starken tribologischen Beanspruchung, insbesondere einer Gleitbeanspruchung

unterliegen, weiter zu erhöhen, sowie ein Verfahren zur Herstellung derartiger Werkstücke zur Verfügung zu stellen.

Dazu hat es sich überraschenderweise als wesentlicher Vorteil erwiesen, Mikrostrukturen so in ein zumindest
5 teilweise auf den Funktionsfläche(n) eines Werkstücks aufgebrachtes Schichtsystem einzubringen, dass sich die vertikale Ausdehnung der (dreidimensionalen) Mikrostruktur von der Oberfläche des Schichtsystems durch die Schicht bis in das Werkstück erstreckt, so dass dieses in einem unteren
10 Bereich der Struktur unbeschichtet vorliegt.

Aus Gründen der Reproduzierbarkeit und Produktivität als günstig erwiesen hat es sich, ein Verhältnis d/s der Schichtdicke d zur Strukturtiefe s zwischen 0.05 und 0.9, bevorzugt zwischen 0.1 und 0.6 einzustellen. Der
15 für die Einstellung des Rückhaltevermögens von Schmiermitteln ebenso wie die Strukturtiefe und Geometrie wesentliche Flächendeckungsgrad, d.h. das Verhältnis der Oberfläche der Mikrostruktur- zur gesamten mit einem Strukturmuster versehenen Oberfläche, wurde zwischen 10 und
20 50% eingestellt, die besten Ergebnisse aber mit einem Flächendeckungsgrad von 15-35% erzielt.

Der Querschnitt der Vertiefungen wurde dabei für kleine Strukturen bzw. Strukturquerschnitte, d.h. Strukturen mit der grössten lateralen Abmessung zwischen 5 und 350 μm ,
25 kreisförmig, bevorzugt jedoch konisch gewählt. Vorteilhaft hat sich bei vielen Strukturen erwiesen, den Tangentialwinkel, d.h. den Winkel zwischen der Oberflächenhorizontalen und einer an der abfallenden Strukturflanke anliegend gedachten Geraden, möglichst flach
30 d.h. unter 20° , bevorzugt jedoch unter 10° bzw. 5° einzustellen.

Die Herstellung der Strukturen erfolgte mit einem Laserstrahl, wobei der Einfachheit halber vor allem kreisförmige Strukturen hergestellt wurden. Wie dem

Fachmann bekannt, können aber auch anders geformte Strukturen beispielsweise kreisförmige, elliptische, linienförmige, drei-, vier- oder mehreckige, oder auch komplexere Strukturen in einzelnen Anwendungsfällen
5 vorteilhaft eingesetzt werden.

Weiters ist es auch bekannt, ähnliche Strukturen durch mechanische Verfahren, wie beispielsweise mittels Prägen, Schleifen, Honen, ferner mittels mikromechanischer Verfahren, aber auch durch Ätzverfahren, die sich besonders
10 zum Herstellen von komplexen Strukturen eignen, herzustellen. Bei Letzteren können Plasmaätzverfahren oder chemische bzw. elektrochemische Ätzverfahren angewandt werden. Als Beispiel sei hier das Photolackverfahren genannt, bei dem nach Aufbringen eines photosensitiven
15 Lacks, dieser mit einem, bei Bedarf inversen, Strukturmuster belichtet wird. Das dadurch hergestellte zweidimensionale Strukturmuster kann in einem nachfolgenden Verfahrensschritt in die Oberfläche geätzt werden. Eine weitere Möglichkeit ist das selektive Aufbringen einer
20 ätzresistenten Lackschicht mittels unterschiedlicher Kaschiertechniken.

Zur Überprüfung der Eignung für den Einsatz mit strukturierten Oberflächen wurden vier unterschiedliche Gleitschichtsysteme, nämlich eine a-C:H- bzw. DLC-, d.h.
25 eine amorphe oder diamantartige Kohlenstoffschicht wie sie beispielsweise aus WO 0179585A1 bekannt ist, eine MeC/C-, d.h. eine Metall- bzw. Metallcarbid/Kohlenstoff-Schicht die auch Anteile an Wasserstoff enthält, eine Hartschicht aus TiAlN sowie eine hartschichtgestützte WC/C-Schicht
30 getestet.

Mit allen Schichttypen wurde in einem tribologischen Kugel/Scheibetest eine Erhöhung der Standzeit der beschichteten Scheiben erzielt. Mit der DLC-, als auch mit den WC/Kohlenstoff-Schichten wurde gleichzeitig auch der
35 Verschleiss der unbeschichteten Kugel herabgesetzt. Diese

Eigenschaft ist besonders für tribologisch beanspruchte Bauteile, in denen der Verschleiss des Gesamtsystems möglichst gering zu halten ist, von Bedeutung. Sowohl das Verschleissverhalten des unbeschichteten als auch des beschichteten Prüfkörpers wurde durch die zusätzliche Strukturierung in Abhängigkeit der Strukturtiefe bzw. des Zeitpunkts der Strukturierung, d.h. vor oder nach dem Beschichten, unterschiedlich stark verbessert.

Überraschenderweise zeigten sich dabei Strukturmuster mit Mikrostrukturen, die erst nach der Beschichtung angebracht wurden und sich in ihrer vertikalen Ausdehnung bis in das Grundmaterial des Werkstücks erstrecken, anderen Strukturen, die vor dem Beschichten oder nach dem Beschichten, dann aber mit einer vertikalen Ausdehnung, die geringer als die Schichtdicke ist, als überlegen. Dabei ist es von Bedeutung, dass die Mikrostrukturen im unteren Bereich unbeschichtet vorliegen. Daher ist es vorteilhaft, das Strukturmuster nach der Beschichtung zu erzeugen, da es sonst, zumindest bei relativ flachen Strukturen zu einer Beschichtung der gesamten Strukturkontur kommt. Wenn auch der genaue Grund dieses Verhaltens im Detail nicht bekannt ist, so könnte ein Grund in der unterschiedlichen Benetzbarkeit des Schicht- und des Grundwerkstoffmaterials gegenüber verschiedenen Schmierflüssigkeiten liegen. Beispielsweise zeigen obengenannte DLC-Schichten eine bessere Benetzbarkeit mit Mineralöl als Stähle.

Die Testergebnisse zeigten weiters überraschenderweise, dass mit DLC sowie mit Me/C-, MeC/C- bzw. WC/C-Gleitschichtsystemen beschichtete Werkstücke auch mit herkömmlich hergestellten Strukturen eine deutliche Verbesserung der tribologischen Eigenschaften im Vergleich zu strukturierten Hartschichten wie z.B. TiAlN bzw. vorbekannten strukturierten TiN-Schichten ermöglichen.

Wenn sich auch die Untersuchungen bis jetzt im wesentlichen auf oben erwähnte Schichtsysteme beschränkt haben, so ist

es doch für den Fachmann auf dem Gebiet der Gleit- bzw. Hartstoffbeschichtung leicht nachvollziehbar, dass für ein erfindungsgemässes Werkstück bzw. Verfahren auch andere Schichten geeignet sind. Beispielsweise sind insbesondere für die Beschichtung von Bauteilen auch a-C:H:Si-, d.h. Silizium-/Kohlenstoff-Schichten, a-C:H:Si:Me-, d.h. Silizium-/Kohlenstoff-/Metall-Schichten, a-C:H/a-Si:O-, d.h. Kohlenstoff-/Siliziumoxid-Schichten, geeignet, die mit ähnlichen Eigenschaften wie oben erwähnte kohlenstoffhaltige Schichten hergestellt werden können.

Weiters können neben dem hier genannten Wolfram auch andere Metalle, wie Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Mo, oder Fe, bevorzugt aber Cr für die Me/C-, MeC/C- und a-C:H:Si:Me-Schichten verwendet werden. Ebenso ist eine Kombinationen von mehreren Metallen möglich.

Andere Materialien, die für die Bildung zumindest der äussersten Schicht des Schichtsystems Vorteile bringen können sind MoS₂, WS₂, MoSe₂ oder WSe₂.

Vorteilhafterweise ist die erste Schicht des Schichtsystems eine Haftschrift, bestehend aus einem oder mehreren Metallen der obengenannten Auswahl. Besteht das Schichtsystem aus wenigstens einer Hartschicht und wenigstens einer kohlenstoffhaltigen Gleitschicht, kann eine zusätzliche metallische Zwischenschicht, die Hartschicht und Gleitschicht trennt, von Vorteil sein. Ebenso ist eine Kombinationen von mehreren Metallen insbesondere den oben genannten möglich.

Auch die Anwendung gradierter Schichtübergänge kann zur Optimierung der Schichteigenschaften verwendet werden. Beispielsweise ist es vorteilhaft, kohlenstoffhaltige Schichten mit einem von einer metallischen Haftschrift in Richtung zur Oberfläche ansteigenden Kohlenstoffanteil vorzusehen.

- Die gesamte Schichtdicke des Schichtsystems kann je nach geplanter Anwendung zwischen 0.5-20 μm eingestellt werden. Auf Grund des häufig auch in geschmierten Tribosystemen auftretenden abrasiven Verschleisses durch eingeschleppte Partikel ist aber in vielen Fällen eine Mindestschichtdicke von einem Mikrometer zu bevorzugen. Auf Grund der Verfahrensökonomie beim Abscheiden von PVD-Schichten wird zumindest für Produkte der Massenfertigung eine maximale Schichtdicke von ca. 10 μm in Betracht kommen.
- 5
- 10 Besonders vorteilhaft können erfindungsgemäss strukturierte Schichten auf Bauteilen angewandt werden, die zumindest eine als Gleitfläche ausgebildete Funktionsfläche aufweisen. Beispiele dafür sind Gleitlager, Gleitdichtungen, Dichtungsringe, Kolbenringe, Tassenstössel, Kipphebel oder Kurbelwellen.
- 15
- Ebenso vorteilhaft können erfindungsgemäss strukturierte Schichten auf Werkzeuge angewandt werden, die zumindest eine als Gleitfläche ausgebildeten Funktionsfläche aufweisen. Beispiele hierfür sind insbesondere
- 20 Schneidwerkzeuge mit zumindest einer Spanfläche für Dreh-, Räum- oder Fräsanwendungen bzw. Umformwerkzeuge mit zumindest einer Fliesspressfläche wie beispielsweise Kaltmassivumformwerkzeuge.
- Als Grundmaterial sind Stähle ebenso wie Hartmetalle
- 25 geeignet. Wird die Strukturierung mit einem Laser durchgeführt, können auch keramische Werkstoffe und Sondermetalle problemlos strukturiert werden.
- In einem Ausführungsbeispiel zur Herstellung erfindungsgemässer Werkzeuge, Bauteile sowie Prüfkörper
- 30 werden diese zunächst mit einem kombinierten PVD/CVD-Verfahren beschichtet, wobei ein Schichtsystem auf der Funktionsfläche abgeschieden wurde. Dabei wird zunächst eine Haftschrift mit einem PVD-Sputterprozess aufgebracht und anschliessend ein ansteigender Anteil

kohlenstoffhaltigen Gases dem Arbeitsgas zugemischt. Dieser Anteil wird beim Abscheiden von Metall/Kohlenstoff-Schichten bis zu einem gewünschten Maximalwert erhöht und anschliessend der Beschichtungsprozess gestoppt (reaktiver PVD-Prozessschritt). Soll das Schichtsystem mit einer DLC-Schicht abschliessen, werden ab einem bestimmten Zeitpunkt der Sputterprozess gestoppt, eine gepulste Biasspannung ans Substrat angelegt und anschliessend die DLC-Schicht abgeschieden. Dieser letzte Prozessschritt entspricht einem CVD-Verfahren, da hier keine physikalische Verdampfung mehr stattfindet. Weitere Angaben zu den angewandten Verfahren sind in den unten angeführten Beispielen zu finden.

Es versteht sich für den Fachmann von selbst, dass derartige Schichten auch mit reinen PVD- bzw. CVD-Prozessen hergestellt werden können, jedoch bieten die in den Beispielen im Detail beschriebenen kombinierte Verfahren den Vorteil einer sehr grossen Prozessflexibilität und einer durch die PVD-Haftschrift besonders guten Haftung.

Die Strukturierung nach dem Aufbringen des Schichtsystems auf zumindest einem Teil der Funktionsfläche(n) erfolgte mit Laserbearbeitungssystemen unterschiedlicher Firmen (z.B. Lambda Physik, SurTech, CMT Rickenbach). Dabei wurden unter anderem KrF Excimer Laser mit einer Wellenlänge von $\lambda=248$ nm und Energiedichten bis 6 J/cm^2 verwendet. Die Punkte wurden mit einem Durchmesser zwischen $50\text{-}250 \text{ }\mu\text{m}$ und einer Tiefe von $10\text{-}15 \text{ }\mu\text{m}$ in kubischer sowie hexagonaler Anordnung und einem Deckungsgrad zwischen 10 bis 50% hergestellt.

Die Testreihen wurden grossteils mit kreisförmigen Strukturen mit einem grösstem Durchmesser zwischen 80 bis $100 \text{ }\mu\text{m}$, in kubischer bzw. hexagonaler Anordnung und einem Flächendeckungsgrad zwischen 15 und 40 % durchgeführt. Diese Anordnung hat in davor durchgeführten Tests besonders gute Ergebnisse erzielt.

Ausführung der Erfindung in Beispielen**1) Strukturierung**

Die Strukturierung erfolgte je nach Test vor bzw. nach Aufbringen des jeweiligen Schichtsystems. Dabei wurden mit
5 einem gepulsten, fokusierbaren Laser Strukturmuster folgender Strukturgeometrie eingebracht:

Tabelle 1) Strukturgeometrie

Lochtiefe	8-15 µm
Lochdurchmesser	80-100 µm
Bedeckungsgrad	30%
Lochanordnung	hexagonale Anordnung, d.h. 60°-Winkel zwischen den Hauptachsen
Lochabstand a	250 µm

2) Ermittlung des Reibwerts und Verschleisstests

10 Zur Beurteilung der Leistungsfähigkeit der Schichten wurde ein Kugel/Scheibe-Test durchgeführt, bei dem eine unbeschichtete Stahlkugel kreisförmig auf einer beschichteten strukturierten Stahlscheibe geführt wird. Dabei wurde der Reibwert, sowie der Verschleissdurchmesser
15 an der unbeschichteten Kugel gemessen. Bei Erreichen eines Reibwerts von 0.4 wurde der Test vorzeitig abgebrochen. Die Testparameter sind in folgender Tabelle aufgeführt:

Tabelle 2) Testparameter Tribotest Kugel-Scheibe

Mangelschmierung	Filterpapier wird durch Auftropfen mit Öl gesättigt, anschliessend auf die Probenoberfläche aufgelegt und für eine bestimmte Zeit mit Druck angepresst, so dass eine gleichmässige Verteilung des Ölfilms erfolgt.
Mineralölklasse	SAE 5W30
Prüfkörper - Grundwerkstoff	Stahl 1.2842 (90MnCrV8), entspricht SAE (AISI) 52100
Prüfk. Oberfläche	poliert, $R_a \leq 0.05$
Prüfkörper Masse	$d = 22 \text{ mm}$, $h = 5.6 \text{ mm}$
Kugel	Stahl, 100Cr6
Kugeldurchmesser	3 mm
Verschleissweg	ca. 2.2 km
Aussentemperatur	21°C
Luftfeuchte rel.	39%
Last	30 N
Geschwindigkeit am Messradius	30 cm/s
Messradius	9 mm

3) DLC-Schichten

Zum Aufbringen der Beschichtung wurden die Werkstücke vor bzw. nach dem Aufbringen der Struktur nach einem üblichen Reinigungsverfahren vorbehandelt, auf einem Substrathalter befestigt und dieser in einer BAI 830-DLC Beschichtungsanlage doppelt drehend gehalten.

Kammerabmessungen (Neuneck): $d_i = 846 \text{ mm}$, $h = 920 \text{ mm}$

Kammervolumen: $V = 560 \text{ l}$

Plasmaquellen: - Zwei gegenüberliegende, am inneren Kammerumfang besfestigte Planarmagnetron-sputterquellen AK 618 ($h = 464 \text{ mm}$, $b = 146 \text{ mm}$) zum Aufbringen der Chromhaftschrift.

- Pulsgenerator zwischen Werkstückhalterung und Kammer geschaltet.

Die DLC-Schicht wurde gemäss einem aus WO 0179585A1 bekannten PVD/CVD-Verfahren mit einer Chromhaftschrift, einer Gradientenschicht und einer reinen DLC bzw. a:C-H-Schicht abgeschieden, wobei die Gesamtschichtdicke ca. $2 \mu\text{m}$ betrug. Die zur Abscheidung der a:C-H-Schicht verwendeten Parameter sind in untenstehender Tabelle angegeben.

Tabelle 3) Herstellparameter a:C-H-Schicht

Prozessdruck	$6,0 \times 10^{-3} \text{ mbar}$
Gasfluss C_2H_2	280 sccm
Gasfluss Ar	30 sccm
Pulsfrequenz (f)	50 kHz
Pulsbreite negativer Puls (Tastverhältnis - 95%)	19 μs
Pulsbreite positiven Puls (Tastverhältnis + 5%)	1 μs
Pulspause (0%)	0 μs

Biaspulsspannung	-900 V
Spulenstrom oben	8 A
Spulenstrom unten	2 A
Beschichtungszeit	90 min

An der abgeschiedenen DLC-Schicht wurde eine Schichthärte von 2500 HK_{0,05} gemessen. Es zeigte sich keine Erhöhung der Rauigkeit gegenüber unbeschichteten polierten Proben.

- 5 Reibwert und Ergebnisse der Verschleisstests der DLC-Schicht sind aus folgender Tabelle 4 zu entnehmen. Dabei zeigt sich, dass sich sowohl Reibkoeffizient als auch Verschleiss des Gegenkörpers bei zuerst beschichtet und anschliessend erfindungsgemäss strukturierten Oberflächen
- 10 (Spalte 5) verbessern, d.h. zu geringeren Werten verändern als beschichtete unstrukturierte (Spalte 3) bzw. zuerst strukturierte und anschliessend beschichtete Oberflächen (Spalte 4).

Tabelle 4) Reibwerte und Verschleisstest der DLC-Schicht

Ergebnisse DLC	unbeschi chtet	beschich tet	strukturiert & beschichtet	beschichtet & strukturiert
Reibwert trocken	0,6	0,16	0,15	0,13
Reibwert mangel- geschmiert	0,1	0,08	0,06	0,058
Verschleiss- durchmesser [µm]	Fressen	586	380	243

Ähnlich gute Ergebnisse wurden auch mit DLC-Schichten erzielt, auf deren Oberfläche noch eine zusätzliche Gleitschicht mit einer geringeren Härte abgeschieden wurde. Beispiele zur Herstellung solcher Schichten finden sich
5 ebenfalls in oben erwähnter Anmeldung.

4) MeC:C-H-Schichten

Zum Aufbringen der Beschichtung wurden die Werkstücke gereinigt auf einem Substrathalter befestigt und in einer BAI 830C Beschichtungsanlage doppelt drehend gehalten.

- 10 Diese Beschichtungsanlage weist im wesentlichen dieselbe Geometrie, wie die unter 3) beschrieben auf, unterscheidet sich aber dadurch, dass zu den zwei mit Cr-Targets bestückten Planarmagnetronsputterquellen weitere sechs mit
15 reinem WC- bzw. Co-gebundene WC-Targets bestückte Quellen gleichen Typs am inneren Kammerumfang befestigt sind. Weiters ist an dieser Anlage eine DC-Bias-, aber keine Pulsbiasversorgung vorgesehen.

- Nach Durchführung eines bekannten Plasmaheiz- und eines Plasmaätzprozesses, bei dem der Werkstückträger zunächst an
20 den positiven und anschliessend an den negativen Pol einer Gleichspannungsquelle gelegt wird, während gleichzeitig ein Niedervoltbogen in der Anlagenachse betrieben wird, wird eine Chromhaftsicht unter Anlegen eines negativen Substrabias (-75V) aufgesputtert. Anschliessend wird eine
25 MeC:C-H-Schicht mit zur Oberfläche ansteigenden Kohlenstoffgehalt aufbracht. Die zur Abscheidung der abschliessenden MeC:C-H-Schicht verwendeten Parameter sind in untenstehender Tabelle angegeben. Eine derartige Schicht ist auch unter dem Markennamen Balinit Kohlenstoff bekannt.

Tabelle 5) Herstellparameter MeC:C-H-Schicht

Prozessdruck	$2-5 \times 10^{-3}$ mbar
Gesamtzeit WC-Sputtern	90 min
Leistung / Target (x6)	3 kW
Start C_2H_2 -Fluss nach	9 min
C_2H_2 Rampe 1 (0-200 sccm)	16 min
Zeit mit f $C_2H_2 = 200$ sccm	39 min
C_2H_2 Rampe 2 (200-225 sccm)	16 min
Zeit mit f $C_2H_2 = 225$ sccm	10 min
Gasfluss Ar	115 sccm

5 An der abgeschiedenen WC:C-H-Schicht wurde eine Schichtdicke von $2.0 \mu m$ und eine Schichthärte von $1000 HK_{0.05}$ gemessen. Es zeigte sich eine Erhöhung der Rauigkeit um ca. $0.01-0.02 Ra$ gegenüber unbeschichteten polierten Proben.

10 Reibwert und Ergebnisse der Verschleisstests der MeC:C-H-Schicht sind aus folgender Tabelle 6 zu entnehmen. Auch hier zeigt sich die nachträglich erfindungsgemäss strukturierte Schicht der herkömmlich strukturierten Schicht überlegen.

Tabelle 6) Reibwerte und Verschleisstest der MeC:C-H-Schicht

Ergebnisse MeC:C-H	beschichtet	strukturiert & beschichtet	Beschichtet & strukturiert
Reibwert trocken	0,13	0,12	0,12
Reibwert mangelgeschmiert	0,08	0,06	0,05
Verschleissdurchmesser $[\mu\text{m}]$	487	290	182

5) TiAlN-Schichten

- 5 Zum Aufbringen einer vergleichenden Beschichtung mit einem Hartschichtsystem wurden die Werkstücke gereinigt auf einem Substrathalter befestigt und in einer BAI 1200 Arc-Beschichtungsanlage doppelt drehend gehalten.

Kammerabmessungen: $d_1 = 1.200 \text{ mm}$, $h = 1.272 \text{ mm}$

- 10 Kammervolumen: $V = 1650 \text{ l}$

Plasmaquellen: - acht am inneren Kammerumfang in zwei unterschiedlichen Ebenen besfestigte Arcquellen mit einem Targetdurchmesser von 154 mm. Davon jeweils vier (zwei oben, zwei unten) mit Ti- bzw. $\text{Ti}_{0,5}\text{Al}_{0,5}$ -Targets bestückt.

15

- seitlich angebrachte Niedervoltbogen-vorrichtung für Vorbehandlungsschritte sowie Heizstrahler, um die Werkstücke auf Temperaturen bis zu 500°C zu bringen.

20

Das aufgebraute Schichtsystem besteht aus einer TiN-Haftschrift, einem Multilayer mit einer Schichtabfolge alternierender TiAlN-Schichten mit unterschiedlichem Ti/Al-

Verhältnis, sowie einer TiAlN-Deckschicht. Details können der folgenden Tabelle 7) entnommen werden.

Tabelle 7) Herstellparameter TiAlN-Schicht

Parameter	TiN Haftschicht t	(Ti _{0,9} Al _{0,1})N - schicht	(Ti _{0,6} Al _{0,4})N - schicht	(Ti _{0,6} Al _{0,4})N - Deckschicht t
t _{coat} [min]	10	4 x 6	12 x 5	46
Schichtanzahl	1	6	5	1
p _{sz} [mbar]	8 · 10 ⁻³	3,2 · 10 ⁻²	3,2 · 10 ⁻²	3,2 · 10 ⁻²
I _{Ti} [A]	170	200	0	0
I _{TiAl} [A]	0	200	200	200
U _{Substrat} [V]	- 200	- 40	-40	-40

- 5 An der abgeschiedenen TiAlN-Schicht wurde eine Schichtdicke von 2.5 µm und eine Schichthärte von 3000 HK_{0,05} gemessen. Die Erhöhung der Rauigkeit lag zwischen 0.06-0.20 Ra gegenüber unbeschichteten polierten Proben.

Tabelle 8) Reibwerte und Verschleisstest der TiAlN-Schicht

Ergebnisse TiAlN	beschichtet	strukturiert & beschichtet	beschichtet & strukturiert
Reibwert trocken	0,4	0,35	0,33
Reibwert mangelgeschmiert	0,1	0,09	0,08
Verschleissdurchmesser [µm]	721	632	543

- 10 Auch bei Verwendung einer wie oben beschriebenen reinen Hartstoffbeschichtung als Schichtsystem konnte gegenüber

bekannten, zunächst strukturierten und anschliessend beschichteten Werkstücken eine Verbesserung durch eine erfindungsgemässe nachträgliche Strukturierung der Schicht erreicht werden.

5 6) TiAlN/MeC:C-H-Schichten

Zur Herstellung von TiAlN/MeC:C-H-Schichten wurde auf eine nach 5) hergestellte TiAlN-Schicht eine gemäss 4) abgeschiedene WC:C-H-Schicht aufgebracht.

- 10 An den abgeschiedenen TiAlN/MeC:C-H-Schichten wurde eine Schichtdicke von ca. 4.5 μm und eine Schichthärte von 1500 HK_{0.05} gemessen. Die Erhöhung der Rauigkeit lag zwischen 0.06-0.20 Ra gegenüber unbeschichteten polierten Proben.

- 15 Die Ergebnisse in Tabelle 9 zeigen gegenüber den Ergebnissen der MeC:C-H-Schicht in Tabelle 6 einen etwas höheren Verschleiss und Reibkoeffizienten, was vermutlich auf die grössere Schichtrauhigkeit zurückzuführen ist.

Tabelle 9) Reibwerte und Verschleisstest der TiAlN/MeC:C-H-Schicht

Ergebnisse TiAlN/ MeC:C-H	beschicht et	strukturiert & beschichtet	Beschichtet & strukturiert
Reibwert trocken	0,15	0,14	0,14
Reibwert mangelgeschmiert	0,08	0,06	0,055
Verschleissdurch- messer [μm]	512	329	255

- 20 Für alle Schichten 3) bis 6) ergab sich eine ausgezeichnete Haftung auf dem Substrat (HF1 gemessen nach VDI 3198).

Weiters ist zu erkennen, dass bei erfindungsgemässen kohlenstoffhaltigen Schichtsystemen auch bei einer an und

für sich bekannten Strukturierung, wie beispielsweise vor
Abscheidung der Schicht, im Vergleich zu reinen
Hartstoffschichten wie TiAlN in Beispiel 5), deutlich
bessere Verschleisseigenschaften und ein geringerer
5 Reibkoeffizient erzielt werden.

Zeichnungen

In den folgenden Zeichnungen wird der Stand der Technik
sowie verschiedene bevorzugte Ausführungsformen der
10 Erfindung beispielhaft erläutert. Dabei zeigt:

- Fig. 1 einen Schnitt durch eine bekannte Mikrostruktur,
- Fig. 2 einen Schnitt durch eine andere bekannte
Mikrostruktur,
- Fig. 3 einen Schnitt durch eine erfindungsgemäße
15 Mikrostruktur,
- Fig. 4 einen Schnitt durch eine kreisförmige
Mikrostruktur,
- Fig. 5 einen Schnitt durch eine konischer Mikrostruktur,
- Fig. 6 eine Aufsicht eines kubischen Strukturmusters mit
kreisförmigen Mikrostrukturen,
- 20 Fig. 7 eine Aufsicht eines hexagonalen Strukturmusters
mit kreisförmigen Mikrostrukturen.

Der in Fig. 1 dargestellte Schnitt zeigt eine bekannte
Oberflächenstruktur 3 auf einem mit einer Funktionsschicht
25 2 beschichteten Werkstück 1. Dabei wurde zunächst auf dem
unbeschichteten Körper eine Struktur erzeugt und
anschliessend die Schicht aufgebracht.

Der in Fig. 2 dargestellte Schnitt zeigt eine andere
bekannte Oberflächenstruktur 3', die nachträglich in die
30 Funktionsschicht aufgebracht wurde. Die Strukturtiefe ist
dabei geringer als die Schichtdicke.

Der in Fig. 3 dargestellte Schnitt zeigt eine erfindungsgemäße Mikrostruktur 5 mit einem Schichtsystem 4 auf einem Werkstück 1. Dabei wird die Strukturtiefe s in einem, wie oben beschrieben, bestimmten Verhältnis zur Schichtdicke d gewählt.

Fig. 4 zeigt Mikrostrukturen 5' mit kreisförmigen, Fig. 5 Mikrostrukturen 5'' mit konischem Querschnitt, wobei zwischen einer abfallenden Strukturflanke und der Oberflächenhorizontalen ein Tangentialwinkel α eingeschlossen wird.

Fig. 6 und 7 dienen der Erläuterung der bevorzugten kubischen bzw. hexagonalen Anordnungen erfindungsgemäßer Oberflächenstrukturen mit Lochabstand (Zentrum zu Zentrum) von a bzw. a' .

15

Patentansprüche

1. Werkstück (1) mit zumindest einer Funktionsfläche und einem wenigstens auf einem Teil der Funktionsfläche abgelegten Schichtsystem (4), sowie einem Strukturmuster, das zumindest einen Teil des Schichtsystems (4) umfasst und aus wenigstens einer dreidimensionalen Mikrostruktur (5) mit Strukturtiefe S besteht, dadurch gekennzeichnet, dass die dreidimensionale Mikrostruktur (5) sich von der Oberfläche des Schichtsystems (4) bis in das Werkstück erstreckt, so dass dieses in einem unteren Bereich der Mikrostruktur (5) unbeschichtet vorliegt.
2. Werkstück nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest die äußerste Schicht des Schichtsystems (4) zumindest eine kohlenstoffhaltige Gleitschicht wie eine Me/C-, eine MeC/C-, eine SiC/C- eine DLC-, eine a-C:H:Si-, eine a-C:H:Si:Me- oder eine a-C:H/a-Si:O-Schicht, bevorzugt aber eine WC/C- oder eine DLC-Schicht umfasst.
3. Werkstück nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis der Schichtdicke d des Schichtsystems (4) zur Strukturtiefe S zwischen 0.05 und 0.9, bevorzugt zwischen 0.1 und 0.6 liegt.
4. Werkstück (1) mit zumindest einer Funktionsfläche und einem wenigstens auf einem Teil der Funktionsfläche abgelegten Schichtsystem (4), sowie einem Strukturmuster das zumindest einen Teil des Schichtsystems (4) umfasst und aus wenigstens einer dreidimensionalen Mikrostruktur (5) mit Strukturtiefe S besteht, und das Schichtsystem zumindest eine kohlenstoffhaltige Gleitschicht wie eine SiC/C-, eine a-C:H:Si-, eine a-C:H:Si:Me- oder eine a-C:H/a-Si:O-Schicht, bevorzugt aber eine DLC, eine Me/C-, eine

MeC/C-, insbesondere eine WC/C-Schicht umfasst, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis der Schichtdicke d des Schichtsystems (4) zur Strukturtiefe S zwischen 0.05 und 0.9, bevorzugt zwischen 0.1 und 0.6 liegt.

5. Werkstück nach einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Me/C-, MeC/C-, bzw. a-C:H:Si:Me-Gleitschicht zumindest eines der Metalle Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, oder Fe, bevorzugt aber W oder Cr umfasst.
6. Werkstück nach einem der Ansprüche 2 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die kohlenstoffhaltige Schicht eine metallische Haftschrift und einen von der Haftschrift zur Oberfläche ansteigenden Kohlenstoffgehalt aufweist.
7. Werkstück nach einem der Ansprüche 1 und 3 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest die äußerste Schicht des Schichtsystems eine MoS₂-, eine WS₂-, eine MoSe₂- oder eine WSe₂-Gleitschicht umfasst.
8. Werkstück nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Schichtsystem zumindest eine Hartschicht und zumindest eine darauf abgelegte Gleitschicht umfasst.
9. Werkstück nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Schichtdicke des Schichtsystems zwischen 0.5-20 µm, bevorzugt zwischen 1-10 µm liegt.
10. Werkstück nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Strukturmuster in Draufsicht aus einer Vielzahl im wesentlichen punktförmiger Vertiefungen besteht, die ihrerseits kreisförmig, elliptisch, linienförmig, in Form von Vielecken oder als hexagonale bzw. kubische Punktmuster angeordnet sind.

11. Werkstück nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Vertiefungen ihrerseits in Draufsicht kreisförmige, elliptische oder vieleckige Ausformungen besitzen.
12. Werkstück nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Strukturmuster aus kreisförmigen, elliptischen, vieleckigen, geraden oder wellenförmigen Linien gebildet ist.
13. Werkstück nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass auf dem vom Strukturmuster umfassten Teil des Schichtsystems der Flächendeckungsgrad zwischen 10-50%, bevorzugt zwischen 15-35% der mikrostrukturierten Oberfläche liegt.
14. Werkstück nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Querschnitt der Vertiefungen (5) im wesentlichen kreisförmig (5'), bevorzugt jedoch im wesentlichen konisch (5'', 5''') ist.
15. Werkstück nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass ein zwischen der Oberflächenhorizontalen und einer abfallenden Strukturflanke anliegender Tangentialwinkel α kleiner 15° , bevorzugt jedoch kleiner 10° ist.
16. Werkstück nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Strukturmuster des Schichtsystems kreisförmige Strukturen (5) mit einem an der Oberfläche gemessenen Durchmesser von 5 bis 350 μm , bevorzugt jedoch 80 bis 250 μm , umfasst und einen Flächendeckungsgrad von 10 bis 50 %, bevorzugt jedoch zwischen 15 bis 40 % hat.
17. Werkstück nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Werkstück ein Bauteil mit zumindest einer als Gleitfläche ausgebildeten

Funktionsfläche, insbesondere ein Gleitlager, eine Gleitdichtung, ein Dichtungsring, ein Kolbenring, ein Tassenstößel, ein Kipphebel oder eine Kurbelwelle ist.

18. Werkstück nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass das Werkstück ein Werkzeug mit zumindest einer als Gleitfläche ausgebildeten Funktionsfläche, insbesondere ein Schneidwerkzeug mit zumindest einer Spanfläche oder ein Umformwerkzeug mit zumindest einer Fliesspressfläche ist.
19. Verfahren zur Herstellung eines Werkstücks mit zumindest einer Funktionsfläche, wobei wenigstens auf einem Teil der Funktionsfläche zunächst ein Schichtsystem abgelegt und dieses anschliessend durch einen oder mehrere Strukturierungsschritte mikrostrukturiert wird, dadurch gekennzeichnet, dass die Strukturierungsschritte so gewählt werden, dass sowohl das Schichtsystem als auch die Werkstückoberfläche mikrostrukturiert werden.
20. Verfahren nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, dass der mindestens eine Strukturierungsschritt so gewählt wird, dass das Verhältnis der Schichtdicke d des Schichtsystems (4) zur Strukturtiefe S zwischen 0.05 und 0.9, bevorzugt zwischen 0.1 und 0.6 liegt.
21. Verfahren zur Herstellung eines Werkstücks mit zumindest einer Funktionsfläche und einem darauf abgelegten mikrostrukturierten Schichtsystem (4), wobei wenigstens auf einem Teil der Funktionsfläche zunächst die Oberfläche des Werkstücks durch einen oder mehrere Strukturierungsschritte mikrostrukturiert und anschliessend ein Schichtsystem abgelegt wird, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis der Schichtdicke d des Schichtsystems (4) zur Strukturtiefe S zwischen 0.05 und 0.9, bevorzugt zwischen 0.1 und 0.6 eingestellt wird.

22. Verfahren nach Ansprüchen 119-21, dadurch gekennzeichnet, dass der mindestens eine Strukturierungsschritt so gewählt wird, dass ein Flächendeckungsgrad von 10 bis 50 %, bevorzugt jedoch zwischen 15 bis 40 % eingestellt wird.
23. Verfahren nach Ansprüchen 19-22, dadurch gekennzeichnet, dass der mindestens eine Strukturierungsschritt eine mikromechanische, bevorzugt aber eine Bearbeitung mit einem Laserstrahl umfasst.
24. Verfahren nach Ansprüchen 19-23, dadurch gekennzeichnet, dass der mindestens eine Strukturierungsschritt ein Plasmaätzen, ein chemisches Ätzen, bzw. ein elektrochemisches Ätzen umfasst.
25. Verfahren nach Ansprüchen 19-24, dadurch gekennzeichnet, dass der mindestens eine Strukturierungsschritt das Aufbringen einer ätzresistenten Lackschicht mit einem zweidimensionalen Strukturmuster auf die Oberfläche des Schichtsystems bzw. des Werkstücks umfasst.
26. Verfahren nach Ansprüchen 19-25, dadurch gekennzeichnet, dass das Ablegen des Schichtsystems mittels eines PVD-, eines CVD-, bevorzugt aber mittels eines kombinierten PVD/ CVD-Verfahrens erfolgt.
27. Verfahren nach Ansprüchen 19-26, dadurch gekennzeichnet, dass ein Schichtsystem mit zumindest einer kohlenstoffhaltigen Gleitschicht wie eine SiC/C-, eine a-C:H:Si-, eine a-C:H:Si:Me- oder eine a-C:H/a-Si:O-Schicht, bevorzugt aber eine DLC, eine Me/C-, eine MeC/C-, insbesondere eine WC/C-Schicht abgelegt wird.
28. Verfahren nach Ansprüchen 19-27, dadurch gekennzeichnet, dass die Schichtdicke des Schichtsystems zwischen 0.5-20 µm, bevorzugt zwischen 1-10 µm eingestellt wird.

Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein beschichtetes Werkstück mit einer mikrostrukturierten Oberfläche, sowie ein Verfahren zu seiner Herstellung.

Dabei ist die Strukturtiefe s der Mikrostrukturen grösser als bzw. in einem bestimmten Verhältnis zur Schichtdicke d eingestellt.

Fig. 1

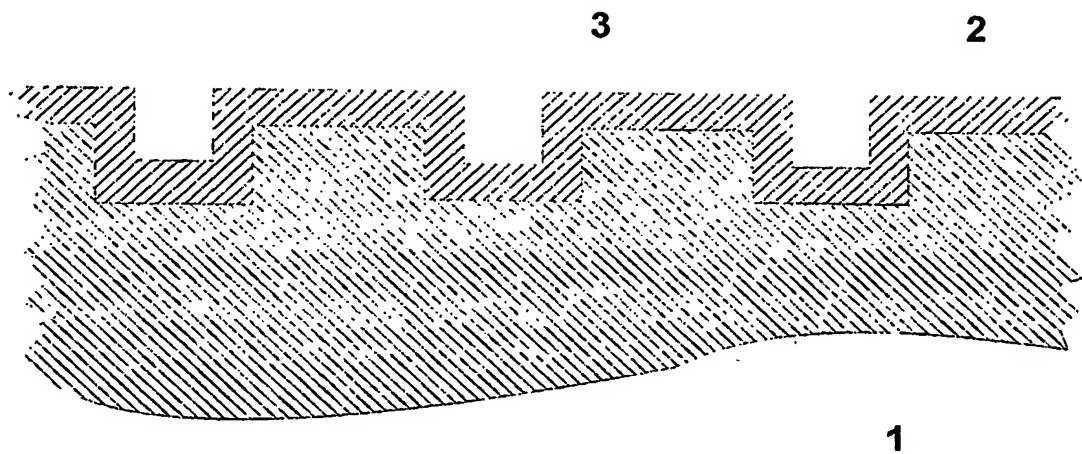


Fig. 2

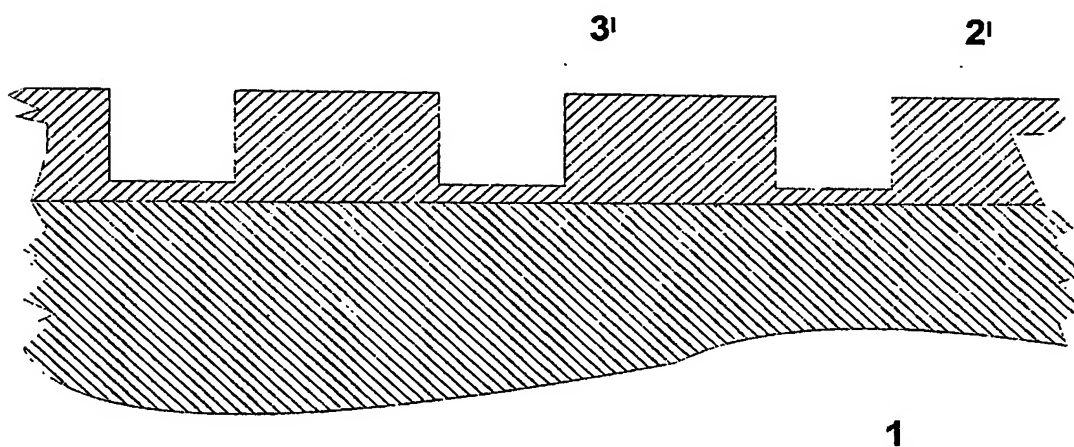


Fig. 3

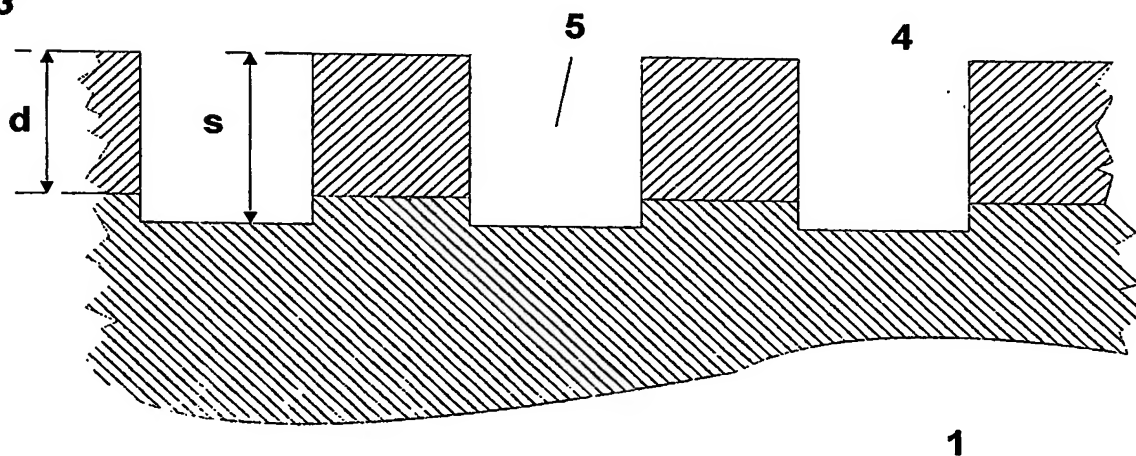


Fig. 4

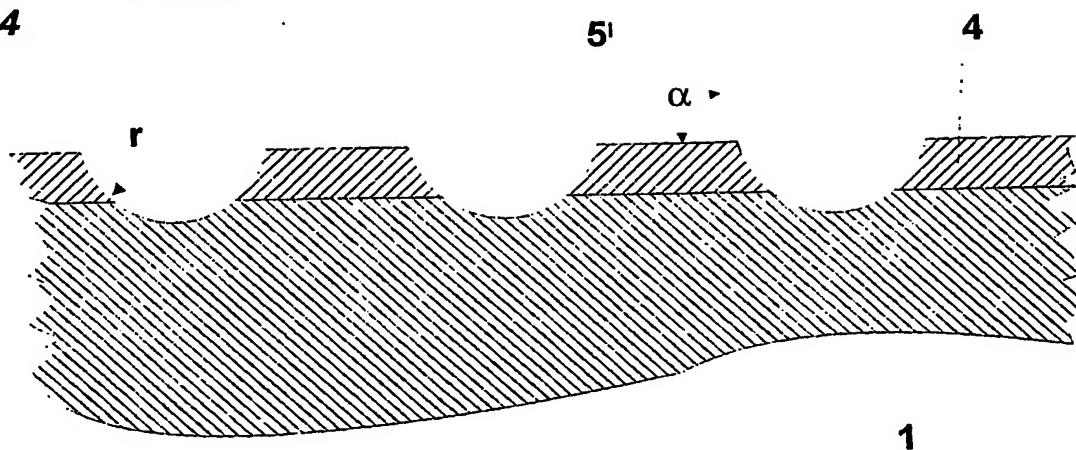
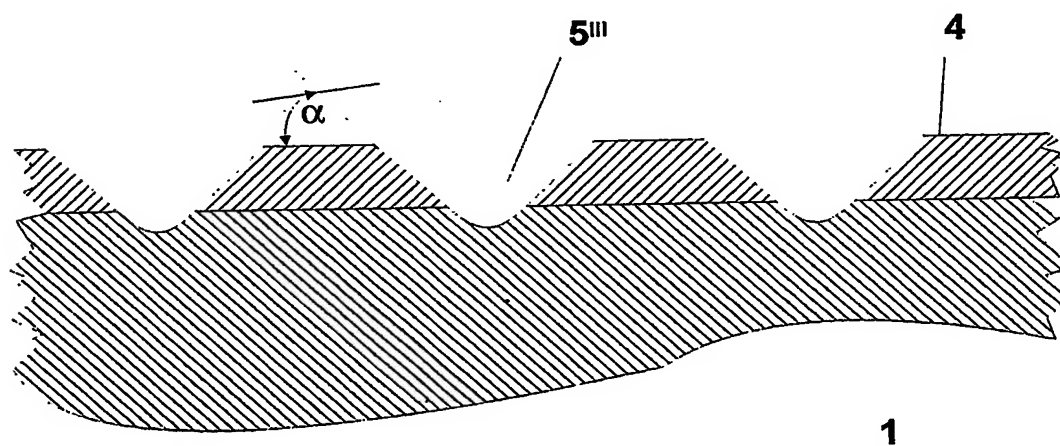
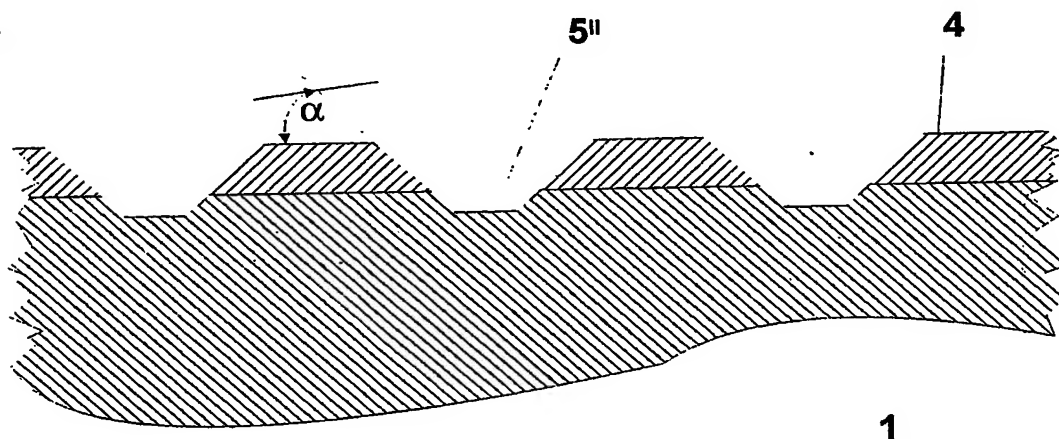


Fig. 5



Exemplar
Exemplar Invariable
Exemplar Invariable

Fig. 6

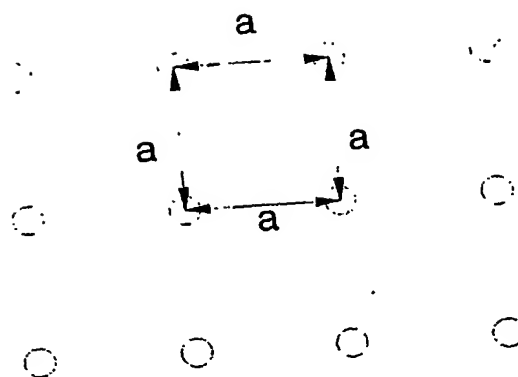
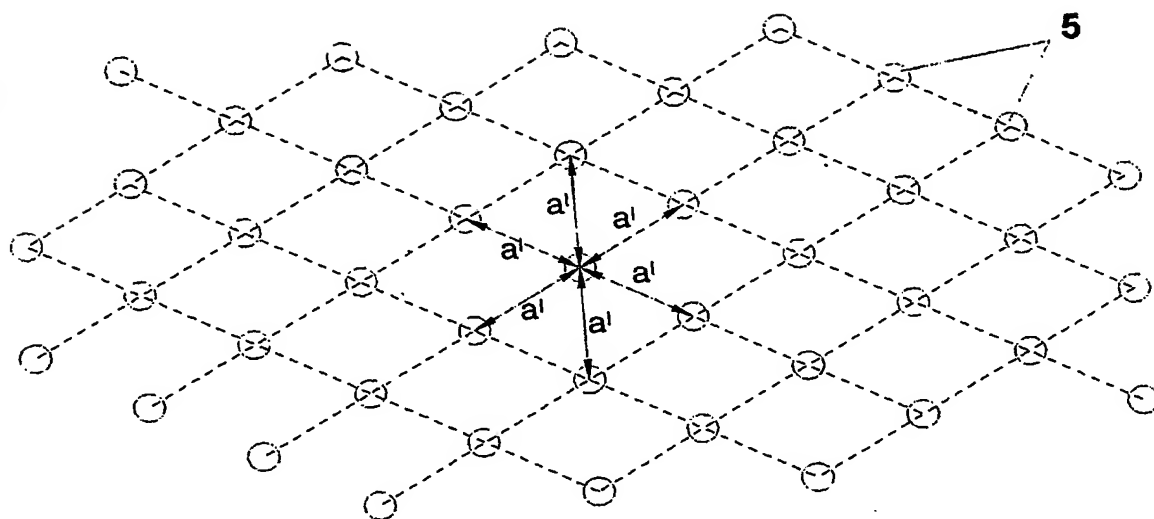


Fig. 7



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.